

Kertas - Cara uji pati





© BSN 2010

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Mangala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	1
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Pengertian	1
3 Kualitatif	1
4 Kuantitatif.....	2
5 Kata kunci	6
6 Informasi tambahan	6



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Kertas - Cara uji pati* merupakan revisi dari SNI 14-0984-1989, Cara uji pati kertas dan karton. SNI ini merupakan terjemahan identik dari TAPPI: T419 om-02, *Starch in paper*.

Standar ini disusun oleh Panitia Teknis 85-01, Teknologi Kertas dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup panitia teknis di Bandung pada tanggal 19 Agustus 2008. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli, Asosiasi Pulp dan Kertas Indonesia dan institusi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu pemungutan suara (voting) pada tanggal 28 Oktober s.d 28 November 2009 dan langsung disetujui menjadi Rancangan Akhir SNI (RASNI) untuk ditetapkan menjadi SNI.



Kertas - Cara uji pati

1 Ruang lingkup

1.1 Metode ini menjelaskan cara uji kualitatif dan kuantitatif pati alam dan pati yang dimodifikasi dengan teknik oksidasi konvensional atau konversi enzim, yang biasanya digunakan sebagai aditif pada *beater* atau proses pendirian permukaan.

1.2 Cara uji ini mengukur kandungan pati total dalam kertas dan tidak membedakan antara pati yang terkandung dalam lembaran dan pada permukaan lembaran.

1.3 Cara uji ini tidak berlaku untuk pati kationik yang disubstitusi, dicangkok atau dikombinasi dengan resin karena pati-pati tersebut memerlukan teknik khusus. Pati yang dapat diuji dengan metode ini adalah pati yang dapat diekstraksi secara kuantitatif dan membentuk senyawa kompleks iodium.

2 Pengertian

Kadar pati aktual dalam kertas adalah suatu ukuran kandungan bahan darih yang ditambahkan ke dalam kertas. Selain itu, juga dapat digunakan untuk mengetahui tingkat retensi bahan darih pada proses pembuatan kertas.

3 Kualitatif

3.1 Peralatan

3.1.1 Alat-alat gelas dan peralatan lainnya: gelas kimia 50 mL dan 150 mL, gelas ukur 100 mL, corong kecil, kertas saring.

3.2 Pereaksi

3.2.1 Larutan iodium 0,001 N I_2 . Buat larutan induk 0,01 N iodida dengan melarutkan 0,13 g (I_2) dalam 5 mL larutan kalium iodida (KI) yang mengandung 2,6 g KI. Larutkan dengan air sampai dengan 100 mL. Untuk setiap kali pengujian, encerkan 1 bagian larutan induk ini dengan 9 bagian air, sehingga larutan berwarna kuning pucat.

3.3 Contoh uji. Dari setiap satuan contoh yang diambil sesuai TAPPI T 400 "Sampling and Accepting a Single Lot of Paper, Paperboard, Containerboard, or related Product", timbang kira-kira 0,5 g contoh yang mewakili dan dipotong menjadi potongan-potongan berukuran 5 mm² sampai 10 mm².

3.4 Prosedur. Dididihkan contoh kertas dalam 10 mL air selama beberapa menit. Saring, dinginkan filtrat dan tambahkan satu tetes larutan (I_2) yang telah diencerkan. Jika timbul warna biru menunjukkan adanya pati. Sedangkan jika timbul warna ungu muda harus diabaikan karena bahan bukan pati dalam kertas ada kalanya memberikan reaksi demikian.

4 Kuantitatif

4.1 Peralatan

4.1.1 *Disintegrator*, untuk penguraian contoh dalam air. Disarankan menggunakan blender berkecepatan tinggi, atau peralatan lain seperti menggunakan serpihan kaca dan botol atau peralatan lain.

4.1.2 Corong masir volume 50 mL atau lebih besar, atau corong *Buchner* dan kertas saring *Whatman* no. 40, jenis lain yang dapat digunakan adalah kertas saring tahan asam atau saringan gelas *microfiber* seperti *Whatman* 934-AH (lihat Catatan 1)

CATATAN 1 Corong masir dapat dibersihkan dengan melewati NaOH 5 N melalui saringan dan dicuci sekali dengan air panas. Jika ini tidak menghilangkan residu, rendam saringan dalam larutan asam kromat.

4.1.3 Labu isap, volume 500 mL atau lebih besar.

4.1.4 *Centrifuge*, volume tabung diharapkan lebih dari 50 mL.

4.1.5 Spektrofotometer, untuk pengukuran daya absorpsi pada panjang gelombang 580 nm (lihat Catatan 2). Spektrofotometer berkas ganda juga dapat digunakan.

CATATAN 2 Alternatif lain, pembanding saringan dapat digunakan. Pada setiap hal, gunakan alat dan kondisi yang sama untuk pembuatan kurva kalibrasi contoh.

4.1.6 Peralatan lain, labu ukur 50 mL, 100 mL dan 500 mL; pipet seukuran 25 mL dan 2,5 mL dan gelas kimia 250 mL; penangas air mendidih atau penangas uap, pencatat waktu.

4.1.7 Ruang asam, digunakan untuk melakukan ekstraksi dengan HCl. Ruang asam laboratorium standar dapat melindungi personil dan lingkungan dari pengaruh uap HCl.

4.1.8 Peralatan gelas untuk prosedur harus benar-benar bersih. Hanya larutan pembersih asam kromat yang dapat digunakan untuk menghilangkan sisa pati secara sempurna.

4.2 Pereaksi

4.2.1 Asam klorida, HCl pekat, dan larutan yang diencerkan dengan air bebas ion 1 + 1 (kira-kira 6 N), 1 + 9 (kira-kira 1,2 N) dan 1 + 19 (kira-kira 0,6 N).

4.2.2 Pereaksi Kalium iodida – iodium, 7,5 g KI dan 5 g I₂ dalam 1 liter air bebas ion. Larutkan 7,5 g KI dalam 10 mL air bebas ion, tambah 5 g I₂. Tambahkan air sampai dengan 1 liter setelah iodium larut.

4.2.3 Serat kapas

4.2.4 Larutan natrium tiosulfat. Larutkan 2 g sampai 3 g natrium tiosulfat (Na₂S₂O₃·5H₂O) ke dalam 100 mL air bebas ion.

4.2.5 Air bebas ion dengan kualitas pereaksi (reagent grade) memenuhi spesifikasi ASTM D1193, Type II.

4.3 Contoh uji. Dari setiap unit contoh yang diperoleh sesuai TAPPI T 400 "Sampling and Accepting a Single Lot of Paper, Paperboard, Containerboard, or Related Product", timbang sampai ketelitian 0,005 g 2 contoh uji berukuran lebar 5 mm sampai 10 mm masing-masing seberat 1 g (lihat Catatan 3). Pada saat yang sama, tentukan kadar air, timbang 1 g contoh untuk pengujian kadar air sesuai dengan TAPPI T 412 "Moisture in Paper and Paperboard" or TAPPI T 208 "Moisture in Wood, Pulp, and, Paperboard by Toluene Distillation" kecuali contoh yang telah diketahui kadar airnya sampai ketelitian 1%.

CATATAN 3 Jangan menghancurkan kertas dalam keadaan kering karena kertas dapat kehilangan sebagian kandungan patinya terutama jika kertas mengandung bahan pengisi.

4.4 Prosedur

4.4.1 Pindahkan contoh uji ke dalam *disintegrator*, lakukan disintegrasi dalam (60 ± 20) mL air hangat bebas ion 40 °C sampai 80 °C dan pindahkan secara kuantitatif ke dalam gelas kimia 250 mL, bilas dengan air hangat bebas ion sampai 100 mL (lihat Catatan 4). Panaskan dalam penangas air pada suhu di bawah titik didih selama 15 menit setelah suhu dalam penangas air mencapai 92°C.

CATATAN 4 Jika contoh tidak cukup untuk membentuk lapisan, tambahkan serat kapas (kurang dari 1 g).

4.4.2 Tambah 25 mL HCl (1 + 1) ke dalam corong masir, biarkan selama 3 menit (dianjurkan untuk diaduk dengan batang penaduk supaya tidak terbentuk lemparan) dan lakukan pengisapan (lihat Catatan 5). Hentikan pengisapan dari labu, ulangi pengerjaan ekstraksi selama 3 menit dengan 25 mL HCl (1 + 1) biarkan selama 3 menit. Tiriskan. Hentikan pompa isap. Tambah 25 mL HCl pekat, biarkan selama 40 detik sambil diaduk. Segera hentikan reaksi dengan menambahkan 50 mL air bebas ion (suhu kamar) ke dalam corong masir. Lakukan kembali pengisapan dengan menggoyang labu agar HCl pekat tercampur rata dalam filtrat. Cuci residu 3 sampai 4 kali dengan 25 mL air bebas ion. Total volume dalam labu ukur tidak boleh melebihi 450 mL. Tes residu dengan 1 tetes atau 2 tetes larutan Iodin (I₂). Residu pati dalam jumlah amat kecil dapat menimbulkan warna biru. Jika masih timbul warna biru, pindahkan residu ke gelas kimia 250 mL, tambahkan 100 mL sampai 150 mL air bebas ion dan lakukan lagi pengerjaan seperti pada 3.4.1 pada tahap pemanasan. Jika sisa pati masih ada setelah dilakukan 2 kali ekstraksi, buang dan ulangi dari awal.

CATATAN 5 Waktu untuk ekstraksi HCl harus dikontrol untuk mencegah kehilangan pati akibat terjadinya hidrolisis.

4.4.3 Pindahkan larutan pati ke dalam labu ukur 500 mL (lihat Catatan 6), dinginkan sampai suhu kamar dan encerkan dengan air bebas ion sampai tanda batas. Kocok dengan baik dan jika larutan yang diperoleh ternyata keruh karena adanya bahan pengisi atau bahan terekstraksi lainnya, lakukan sentrifugasi terhadap 50 mL larutan selama 10 menit. Dalam beberapa hal, akan tetapi tidak selalu, pengendapan selama satu malam memberikan hasil yang sama. Tetapi hidrolisis yang tidak terkendali mungkin terjadi jika waktu diperpanjang.

CATATAN 6 Jika ekstraksi kedua diperlukan, campurkan kedua filtrat dalam labu ukur 1 000 mL, dinginkan sampai suhu kamar dan encerkan sampai 1 000 mL dengan air bebas ion.

4.4.4 Pipet 25 mL larutan yang jernih dan masukkan ke dalam labu ukur 50 mL, tambahkan 2,5 mL larutan KI-I₂ ke dalam labu ukur, encerkan sampai tanda batas dan kocok (lihat Catatan 7 dan 8). Siapkan larutan blanko dengan mencampurkan 25 mL HCl (1 + 9) dengan 2,5 mL larutan KI-I₂ ke dalam labu ukur 50 mL, encerkan sampai tanda batas. Kocok dengan baik. Ukur daya absorpsi larutan blanko dan larutan contoh uji dalam sel 1 cm pada panjang gelombang 580 nm. Jika acuan cahaya digunakan pada instrumen, gunakan air bebas ion dan larutan blanko sebagai acuan cahaya. Larutan blanko dijalankan pada tiap contoh dengan menambahkan 1 tetes larutan tiosulfat ke dalam sel yang berisi sampel, kocok, dan ukur ulang daya absorpsinya.

CATATAN 7 Pastikan bahwa daya absorpsi larutan diukur dalam 30 menit setelah kompleks warna terbentuk.

CATATAN 8 Resin Kymene dapat mengendap jika bereaksi dengan KI-I₂ sebagai indikator tingkat normal. Bagaimanapun, hasil yang baik dapat diperoleh jika Kymene terbentuk dengan menggunakan setengah kali tingkat indikator normal. Pada tahap 4.4.4 gandakan contoh dalam labu 100 mL dan jaga KI - I₂ tetap sama.

4.4.5 Lakukan pengukuran terhadap contoh kedua.

4.4.6 Contoh kontrol kertas dengan kandungan pati yang diketahui harus diuji bersamaan dengan pengujian contoh. Nilai contoh kontrol harus berada dalam kisaran kontrol.

4.4.7 Perhitungan: % berat kering

$$\% \text{ pati} = \frac{A}{ab} \times V_0 \times \frac{V_f}{V_A} \times \frac{1}{10S}$$

Keterangan:

A adalah absorbansi sebenarnya = $A_{\text{contoh uji}} - A_{\text{blanko}} - A_{\text{blanko contoh uji}}$ (jika larutan blanko digunakan spektrofotometer berkas ganda maka A_{blanko} tidak dipakai);

a adalah absorptivitas pati menurut hasil kalibrasi, dinyatakan dalam liter per gram-sentimeter (L/g-cm);

b adalah panjang sel, dinyatakan dalam sentimeter (cm);

V_0 adalah volume larutan pati setelah ekstraksi 500 mL atau 1000 mL (pengenceran), dinyatakan dalam mililiter (mL);

V_f adalah volume akhir larutan pati yang diukur warnanya, dinyatakan dalam mililiter (mL), biasanya 50 mL;

V_A adalah volume cairan yang diambil dari V_0 , dinyatakan dalam mililiter (mL), biasanya 25 mL;

S adalah berat kering contoh, dinyatakan dalam gram (g).

Contoh perhitungan

$A_{\text{contoh uji}} = 0,600$

$A_{\text{blanko}} = 0,002$

$A_{\text{blanko contoh uji}} = 0,005$

$A = 0,600 - 0,002 - 0,005 = 0,593$

$a = 12,50 \text{ L/g-cm}$

$b = 1 \text{ cm}$

$V_0 = 500 \text{ mL}$

$V_f = 50 \text{ mL}$

$V_A = 25 \text{ mL}$

$S = 1,0045 \text{ g berat kering}$

$$\% \text{ pati} = \frac{0.593}{12.5 \text{ L/g-cm}(1 \text{ cm})} \times 500 \text{ mL} \times \frac{V_f}{V_A} \times \frac{1}{10(1.0045 \text{ g OD})} = 4.72\% \text{ OD}$$

4.5 Kurva kalibrasi

4.5.1 Untuk kurva kalibrasi, jika memungkinkan, gunakan pati yang sama dengan jenis pati yang terdapat dalam contoh uji kertas. Jika tidak memungkinkan, gunakan suatu campuran komposit yang terdiri dari tiga atau empat jenis pati biasa. (Nilai sebesar 12,5 L/g-cm merupakan tipikal absorptivitas pati rata-rata yang dapat digunakan untuk hasil pembandingan antara contoh yang jenis patinya tidak diketahui). Timbang 0,1 g pati setelah dikoreksi terhadap kadar air dan kadar abunya (lihat Catatan 9), masukkan dalam gelas kimia 250 mL, tambah 100 mL air bebas ion dan panaskan pada suhu 92 °C selama 15 menit. Tambah 1,0 g serat kapas dan panaskan lagi selama 15 menit. Saring larutan melalui corong masir, bilas gelas kimia dengan air bebas ion panas satu kali dan saring kembali dengan air sampai selesai. Dinginkan sampai suhu ruang dalam penangas air es.

4.5.2 Lanjutkan dengan pengerjaan ekstraksi dengan HCl seperti pada contoh uji, encerkan filtrat sampai tanda batas pada labu ukur 500 mL. Sentrifugasi sebagian dari larutan tersebut selama 10 menit dan sisihkan larutan jernihnya untuk membuat kurva kalibrasi. Jaga semua konsentrasi dan waktu antara pembentukan kompleks pati-iodin dan pengukuran absorbansinya sama seperti untuk contoh uji. Pengenceran dapat dilakukan seperti pada Tabel 1.

Tabel 1 - Prosedur pengenceran untuk penyiapan kurva kalibrasi

Konsentrasi Pati g/L	Volume total mL	Larutan pati 0,2 g/L mL	Air ^a mL	Larutan KI ^b mL
0,010	100	5	0	5
0,020	100	10	5	5
0,030	100	15	10	5
0,040	100	20	15	5
0,050	100	25	20	5
Encerkan sampai tanda batas dalam labu dengan HCl (1 + 19)				
^a Gelas ukur yang cukup akurat.				
^b Tambahkan larutan ini dari pipet atau buret.				

CATATAN 9 Kandungan abu pati alam biasanya dapat diabaikan. Pati modifikasi asam, pati oksidasi dan pati yang mengandung boraks kadar abunya antara 1% sampai 2%.

4.5.3 Hitung kadar pati akhir dari masing-masing larutan kalibrasi setelah berat pati dikoreksi dengan berat kering abu pati dan pengenceran. Buat kurva absorbansi terhadap konsentrasi yang diperoleh. Kurva tersebut harus linier dan melewati titik awalnya. Tentukan absorptivitas a dari kemiringan garis.

$$A = abc$$

Keterangan:

A adalah absorbansi;

a adalah daya absorpsi pati, dinyatakan dalam liter per gram-sentimeter (L/g-cm);

b adalah panjang sel, dinyatakan dalam sentimeter (cm);

c adalah konsentrasi yang diperoleh, dinyatakan dalam gram per liter (g/L);

kemiringan garis = ab

hitung a dan hasil rata rata atau gunakan persamaan garis yang sesuai dan dapatkan nilai a dari kemiringan garis.

SNI TAPPI T 419 om:2010

4.6 Laporan. Laporkan hasil rata-rata dari dua kali penentuan dan laporkan kandungan pati sebagai persen berat kertas kering-oven dengan ketelitian 0,1%.

4.7 Ketelitian. Perkiraan repitabilitas dan reproduisibilitas berikut ini berdasarkan dari data studi antar laboratorium yang dilaksanakan pada Maret 2002. Seluruh contoh yang digunakan untuk memperoleh data ini adalah kertas tulis cetak tanpa salut. Para peserta diminta mengikuti TAPPI T 419 om-91 "Starch in Paper" (Quantitative), revisi dari metode ini. Pengujian didasarkan pada dua (2) kali penentuan untuk tiap hasil uji dan tiga (3) hasil uji untuk tiap laboratorium, untuk setiap contoh uji. Jumlah laboratorium yang berpartisipasi dibatasi. Pengguna data ini diberitahu bahwa hasil uji dapat lebih bervariasi dengan nilai batas tertentu jika terdapat lebih banyak peserta pada studi ini.

Repitabilitas, r (dalam satu laboratorium)

$r = 0,38$

$\% r = 7,7\%$

Reproduisibilitas, R (antar laboratorium)

$R = 1,88$

$\% R = 35,8 \%$

Repitabilitas dan reproduisibilitas adalah perkiraan selisih maksimum (pada 95%) yang diharapkan ketika perbandingan hasil uji untuk bahan yang sama seperti yang dijelaskan di atas pada kondisi uji yang sama. Perkiraan tersebut mungkin tidak berlaku untuk bahan atau kondisi yang berbeda.

Bahan	Sifat yang diukur – Persen (%) pati			
	Nilai rata-rata	Repitabilitas R dan ($\%r$)	Reproduisibilitas R dan ($\%R$)	Laboratorium yang terlibat
S1	5,97	0,56 (9,37%)	2,77 (46,49%)	4 dari 4
S2	5,95	0,38 (6,45%)	3,69 (62,13%)	4 dari 4
S3	4,40	0,26 (5,90%)	0,70 (16,00%)	4 dari 4
S4	4,48	0,36 (8,07%)	1,28 (28,51%)	4 dari 4
S5	3,72	0,32 (8,56%)	0,96 (25,84%)	4 dari 4

5 Kata kunci

Pati, Kertas, Analisis kuantitatif, Analisis kualitatif

6 Informasi tambahan

6.1 Kurva kalibrasi untuk berbagai jenis pati dianalisis dan teknik laboratorium merupakan hal yang paling penting. Kurva kalibrasi pati yang dapat dipercaya dibuat untuk menghindari pembuatan kurva kalibrasi lainnya.

6.2 Pada tahun 1991, metode ini telah direvisi sehingga lebih konsisten dan dapat dipercaya. Selain itu, metode ini dapat dipakai untuk semua jenis pati yang ada di pasaran sekarang.

6.3 Revisi ini termasuk pernyataan ketelitian repitabilitas dan reproduisibilitas yang baru.

6.4 Metode yang berhubungan: ASTM D 591: PAPTAC G.23.

6.5 Daftar bibliografi, lihat *Tappi* 51 (2): 167A (1968).





BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3,4,7,10
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id